

51

Int. Cl.:

A 24 b

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 79 c, 1

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 1917 552

Aktenzeichen: P 19 17 552.1

Anmeldetag: 1. April 1969

Offenlegungstag: 4. Dezember 1969

Ausstellungspriorität:

30

Unionspriorität

32

Datum:

10. April 1968

10. April 1968

33

Land:

V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen:

720068

720406

54

Bezeichnung:

Verfahren zur Tabakbereitung

61

Zusatz zu:

—

62

Ausscheidung aus:

—

71

Anmelder:

R. J. Reynold Tobacco Company, Winston-Salem, N. C. (V. St. A.)

Vertreter:

Ruschke, Dr.-Ing. Hans; Agular, Dipl.-Ing. Heinz; Patentanwälte,  
1000 Berlin und 8000 München

72

Als Erfinder benannt:

Fredrickson, James Donald; Moser, Glenn Philip;  
Stewart, Grant Mathews; Winston-Salem, N. C. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960):  
Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DT 1917552

PATENTANWÄLTE  
Dr.-Ing. HANS RUSCHKE  
Dipl.-Ing. HEINZ AGULAR  
BERLIN 33  
Augusta-Viktoria-Straße 64

R.J.Reynolds Tobacco Company, Winston Salem,  
North Carolina, V.St.A.

---

Verfahren zur Tabakbereitung

---

Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Tabak, um seine Füllkapazität zu erhöhen.

Tabakblätter enthalten, wenn sie geerntet werden, eine beträchtliche Menge Wasser, und dieses Wasser wird während des Tabakbeizverfahrens durch Trocknen entfernt, was zur Schrumpfung der Blattstruktur führt. Bei dem gewöhnlichen Verfahren zur Vorbereitung von Tabak für die Lagerung und nachfolgende Zigarren- und Zigarettenherstellung gewinnt der Tabak - wenn überhaupt - sehr wenig von der beim Trocknen erlittenen Schrumpfung zurück, so daß sich ein bedeutsamer Verlust bei der Füllkapazität des Tabaks ergibt. So besitzt der Tabak eine Volumendichte, die über diejenige hinausgeht, die zur Herstellung zufriedenstellender Zigarren oder Zigaretten notwendigerweise erforderlich ist.

Es sind in der Technik mehrere Verfahrensweisen zur Erhöhung der normalen Füllkapazität von getrocknetem oder gebeiztem Tabak vorgeschlagen worden. Bestimmte dieser Verfahren enthalten

909849/0833

Treib(puffing)arbeitsweisen, in welchen Tabak hohem Wasserdampfdruck unterworfen wird, wonach der Druck plötzlich aufgehoben wird. Es ist auch vorgeschlagen worden, daß die Füllkapazität von Tabak erhöht werden kann, d.h. die Volumendichte herabgesetzt werden kann, wenn die Tabakteilchen den Dämpfen einer organischen Flüssigkeit oder einer organischen Flüssigkeit und nachfolgendem Lufttrocknen bei gewöhnlichen Temperaturen ausgesetzt werden. Diese bisherigen Arbeitsweisen sind jedoch nicht völlig befriedigend gewesen, weil (a) sie hinsichtlich der Erweiterung der Füllkapazität in einem größeren Maßstab nicht wirksam sind oder (b) sie zu einem Zerschneiden der Tabakteilchen führen, so daß infolge Bildung von Feinmaterial ein beträchtlicher Verlust die Folge ist.

Die vorliegende Erfindung schlägt ein Verfahren zur Erhöhung der Füllkapazität von Tabak vor, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man Tabak mit einer ausreichenden Menge einer flüchtigen organischen Flüssigkeit in Berührung bringt, um denselben gründlich zu imprägnieren und man danach ein Gas unter Kontakt mit diesem Tabak durchführt, wobei das Gas auf eine Temperatur erwärmt ist, die mindestens (30°F) 1°C über dem Siedepunkt der Flüssigkeit unter dem Kontaktdruck liegt, wodurch sich der Tabak ausdehnt, und die Flüssigkeit im Dampfzustand davon abgetrennt wird.

Das Verfahren der Erfindung kann auf gebeizten Tabak in Blattform (wo die Rippen und Stiele enthalten sind), Streifenform (Stiele sind vom Blatt entfernt worden) oder als Verschnitt-Füllware (Streifen sind zur Zigarettenherstellung geschnitten) angewendet werden. Bei Verwendung von Blättern oder Streifen können die Tabaksorten und -grade so ausgewählt werden, daß das Verfahren am wirksamsten wird, wodurch Ergebnisse erzielt werden, die dem Maximum nahekommen, während die Herstellungskosten auf einem Minimum gehalten werden. Wenn das gesamte homogene Gemisch behandelt werden soll, wird vorzugsweise Verschnitt-Füllware verwendet.

Einer der bevorzugten Gesichtspunkte der Erfindung besteht

909849/0833

darin, einen feuchten gebeizten Tabak zu verwenden.

Eine Vielzahl organischer Flüssigkeiten, die durch Verdampfen entfernt werden können, können zur Imprägnierung verwendet werden, jedoch sind es vorzugsweise die organischen Flüssigkeiten, die einen Siedepunkt unter dem Siedepunkt des Wassers haben. Es wird angenommen, daß zusätzlich zur Tatsache, daß bei der Ausdehnung der Tabakstruktur geholfen wird, die inerte organische Flüssigkeit hilft, die Zellen in einen expandierten Zustand zu versetzen. Es sollte keine organische Flüssigkeit sein, die sich in irreversibler Weise zu einem bedeutenden Grad mit dem Tabak verbindet; mit anderen Worten darf sie nicht die Rauchqualitäten des Produktes in einem unerwünschten Ausmaß ändern, d.h. sie sollte inert sein. Im ganzen fallen die Flüssigkeiten in die Klassen der aliphatischen Kohlenwasserstoffe, aromatischen Kohlenwasserstoffe, Alkanole, Ketone, aliphatischen Ester, Äther, Halogen-substituierten Kohlenwasserstoffe und Gemische derselben. Vorzugsweise wird mit den Gliedern dieser Klassen gearbeitet, die einen niedrigeren Siedepunkt haben. Es ist beabsichtigt, daß "niedrig siedend" jene Flüssigkeiten erfaßt, die einen Siedepunkt unter etwa  $110,7^{\circ}\text{C}$  und bevorzugt unter etwa  $68,5^{\circ}\text{C}$  haben.

Beispielhafte geeignete inerte organische Flüssigkeiten sind: Benzol und Toluol; Aceton, Methyläthylketon, Methylisopropylketon, Diäthylketon und Diacetylketon; Methyläthyläther, Diäthyläther, Dipropyläther, Diisopropyläther, Methylbutyläther, Äthylbutyläther, Äthylenglykoldimethyläther und Tetrahydrofuran; Methanol, Äthanol, Propanol, Isopropanol, sek.-Butylalkohol, t-Butylalkohol, t-Amylalkohol und Allylalkohol. Butan, Pentan, Hexan, Heptan und die entsprechenden ungesättigten Kohlenwasserstoffe; und Cyclobutan, Cyclopentan, Cyclohexan und Cyclohexen.

Die halogensubstituierten Kohlenwasserstoffe können aliphatischer, cycloaliphatischer oder aromatischer Natur sein. Ein oder mehrere Halogenatome können in jedem Halogenkohlenwasserstoffmolekül vorliegen. Zwei oder mehr verschiedene Halogene

können in einem einzigen Halogenkohlenwasserstoffmolekül vorliegen. Beispielhafte Halogenkohlenwasserstoffe sind Äthylchlorid, Propylchlorid, Isopropylchlorid, Vinylidenchlorid, n-Butylbromid, Isobutylchlorid, sek.-Butylchlorid, t-Butylchlorid, t-Butylbromid, Methylenchlorid, Methylenbromid, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Äthylendichlorid, Äthylidenchlorid, Acetylendichlorid, Trichloräthylen und Fluorbenzol.

Bevorzugte Klassen inerter organischer Flüssigkeiten sind die aliphatischen Kohlenwasserstoffe mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen und die halogensubstituierten Alkan-Kohlenwasserstoffe (Haloalkane) mit 1 - 2 Kohlenstoffatomen und die Halocycloalkane mit 3-4 Kohlenstoffatomen. Jene allgemein als Freon-Fluorkohlenstoffe bekannten Verbindungen werden besonders bevorzugt. Beispiele für die bevorzugten Freon-Flüssigkeiten sind Trichlormonofluormethan, Dichlordifluormethan, Monobromtrifluormethan, Monochlordifluormethan, Trichlortrifluoräthan, Dichlortetrafluoräthan, Oktafluorcyclobutan und Tetrachlordifluoräthan.

Die Menge an imprägnierender inerter organischer Flüssigkeit wird für optimale Ergebnisse geregelt; im großen liegt sie zwischen 15 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile Tabak und stellt etwa die maximale Imprägnierungsmenge Flüssigkeit dar. Die maximale Imprägnierungsmenge ist die Maximalmenge, die durch den Tabak aufgenommen werden kann. Im allgemeinen liegt die Menge an verwendeter imprägnierender Flüssigkeit zwischen etwa 25 und 350 Gewichtsteilen je 100 Gewichtsteile Tabak. Mechanische Schwierigkeiten bei der Handhabung des Tabaks zeigen sich, wenn mit größeren Mengen Flüssigkeit imprägniert wird.

Wenn mit den bevorzugten organischen Flüssigkeiten gearbeitet wird, werden vorzugsweise zwischen etwa 40 bis 250 Gewichtsteile je 100 Gewichtsteile Tabak verwendet.

Die Temperatur- und Druckbedingungen, unter welchen der Tabak mit der organischen Flüssigkeit in Berührung gebracht wird, sind nicht entscheidend, und allgemein sind gewöhnliche Raumtempera-

turen und -drucke völlig befriedigend. Zur Imprägnierung des Tabaks mit der inerten organischen Flüssigkeit ist keine spezielle Ausrüstung erforderlich, und die Imprägnierung kann in jedem geeigneten Typ von Tank, Trommel oder anderem Behälter durchgeführt werden. Jedoch sollte im Fall von Flüssigkeiten mit einem niedrigen Siedepunkt oder hohem Dampfdruck die Imprägnierung bei reduzierten Temperaturen oder erhöhten Drucken durchgeführt werden, so daß die Flüssigkeit nicht während des Equilibrierungsschrittes verdampft. Vorzugsweise wird sie bei einer Temperatur unter etwa rd.  $77^{\circ}\text{C}$  durchgeführt, um zu verhindern, daß der Tabakduft verschlechtert wird.

Nachdem der Tabak mit der organischen Flüssigkeit imprägniert worden ist, läßt man den Tabak vorzugsweise ins Gleichgewicht kommen, d.h. man behält den Kontakt mit der Flüssigkeit für eine Zeitlang bei. Hierbei hängt wiederum diese Zeit von dem physikalischen Zustand des Tabaks und der besonderen Flüssigkeit ab, die zur Imprägnierung ausgewählt werden kann. Im Fall von Blättern, Stielen und Streifen kann der Kontakt länger als bei der Behandlung von mehr fein verteilten Tabakteilchen wie Verschnitt-Füllmasse sein. Zeiten von wenigen Minuten bis zu 24 Stunden sind zufriedenstellend. Auch die Zeit, die zur im wesentlichen gleichmäßigen Imprägnierung der Tabakmasse benötigt wird, ist temperaturabhängig; auch hängt die Imprägnierungszeit von der Teilchengröße des Tabaks ab. Je größer die Teilchengröße, umso länger ist die Zeit. Die Zeiten liegen zum Beispiel für feuchte Streifen und Schnitzel bei:

$66^{\circ}\text{C}$ ,	0,5 -	1 Stunde,
$38^{\circ}\text{C}$ ,	12	24 Stunden,
$24^{\circ}\text{C}$ ,	40	- 100 Stunden.

Nachdem der Tabak mit der organischen Flüssigkeit gründlich imprägniert worden ist, wird die organische Flüssigkeit schnell von diesem entfernt. Dies wird erreicht, indem man ein heißes Gas durch den imprägnierten Tabak schickt, um die organische Flüssigkeit in einem kurzen Zeitraum, in der Größenordnung von wenigen Minuten, wie zum Beispiel weniger als etwa 4 Sekunden, zu entfernen. Um den gewünschten Volumenzuwachs beim Tabak zu

erhalten und zu verhindern, daß die Duftqualität verschlechtert wird, ist es besonders vorteilhaft, die organische imprägnierende Flüssigkeit schnell zu entfernen. Durch Verwendung von einem heißen Gas bei einer Temperatur zwischen  $121^{\circ}$  und  $204^{\circ}\text{C}$  wird die imprägnierende Flüssigkeit sehr schnell entfernt, so daß eine Ausdehnung der Tabakstruktur verursacht wird, während man vermeidet, den Tabak in Staub- und Feinteilchen zu brechen. Wenn Zigarettenverschnitt-Füllware verarbeitet wird, ruft die Ausdehnung der Struktur auch eine Entschichtung der geschichteten Schnitzel hervor, was dazu dient, die Füllkapazität zu erhöhen, und verbessert auch die Brenneigenschaften der Füllmasse. Die Entfernung der organischen Flüssigkeit wird bevorzugt im wesentlichen bei Atmosphärendruck durchgeführt, kann jedoch bei Überatmosphärischen Drucken durchgeführt werden, wenn eine sehr niedrigsiedende Flüssigkeit verwendet wird. Das Gas wird bei einer Temperatur von mindestens etwa  $1^{\circ}\text{C}$  und vorzugsweise mindestens  $93^{\circ}\text{C}$  höher als der Siedepunkt der zur Imprägnierung verwendeten organischen Flüssigkeit eingesetzt. Die Temperatur des Gases hängt somit von dem Siedepunkt der organischen imprägnierenden Flüssigkeit ab. Es wird bevorzugt, die Verwendung von höheren Temperaturen als  $204^{\circ}\text{C}$  zu vermeiden, um eine Duftverschlechterung der Tabakmasse zu vermeiden. Das Gas wird vorzugsweise bei einer Temperatur unter etwa  $177^{\circ}\text{C}$  gehalten. Das heiße Gas ist bevorzugt Wasserdampf oder ein Gemisch aus verdampfter organischer Flüssigkeit und Wasserdampf, jedoch können andere heiße Gase wie zum Beispiel Luft, Stickstoff, Kohlendioxid, gasförmige organische Flüssigkeiten oder Gemische derselben oder irgendein anderes Gas, das hinsichtlich des Tabaks und der flüchtigen organischen imprägnierenden Flüssigkeit inert ist, vorteilhaft verwendet werden.

Nach der Entfernung der organischen imprägnierenden Flüssigkeit aus dem Tabak durch Verdampfen kann die organische Flüssigkeit wiedergewonnen, kondensiert und zum weiteren Gebrauch zurückgeführt werden. Der ausgedehnte Tabak wird dann auf den gewünschten Wassergehalt gebracht, der für den besonderen Endverbrauch vorgesehen ist. Damit ist gemeint, daß der Feuchtig-

909849/0833

BAD ORIGINAL

keitsgehalt des ausgedehnten Tabaks auf einen gewünschten Wert, wie zum Beispiel 12-13 % für Verschnitt-Füllware, zur Zigarettenherstellung eingestellt wird. Gemäß einer Ausführungsform dieser Erfindung wird vor der Imprägnierung mit der organischen Flüssigkeit ein feuchter, gebeizter Tabak mit einem Wassergehalt im Bereich von etwa 10 bis 100 Gewichtsteilen Wasser je 100 Gewichtsteile Tabak verwendet. Vorzugsweise liegt der Wassergehalt des Tabaks innerhalb des Bereichs von 13 bis 50 Teilen je 100 Teile Tabak und besonders bevorzugt innerhalb des Bereichs von 18 bis 30 Teilen je 100 Teile Tabak. Die Bezeichnung "100 Teile Tabak" bedeutet Tabak auf wasserfreier Grundlage. Zur Veranschaulichung: Ein gebeizter Tabak mit einem natürlichen Wassergehalt von 12,3 % wird hier mit etwa 14,1 Teile Wasser je 100 Teile Tabak beschrieben. Die niedrigere Feuchtigkeitsgrenze des zu behandelnden Tabaks ergibt sich hauptsächlich aus der Zerbrechlichkeit des Tabaks; Tabak, der zu trocken ist, neigt dazu, zu zerfallen und Feinteilchen zu bilden. Die verwendete Wassermenge kann groß genug sein, um den Tabak naßtränken zu lassen; jedoch wird die Verwendung von solchen Wassermengen, daß der Tabak sehr naß ist, vorzugsweise vermieden, wegen der mechanischen Schwierigkeiten bei der Handhabung von solchen nassen Tabakmassen. Die obere Grenze von 100 Teilen Feuchtigkeit je 100 Teile Tabak ist eine praktisch bevorzugte Arbeitsgrenze. Der Anfeuchtungs Vorgang kann bei Raumtemperaturen und auch bei erhöhten Temperaturen durchgeführt werden. Es wird gewöhnlich bevorzugt, den Tabak unterhalb etwa 77°C zu halten, um Duftverschlechterung zu vermeiden. Im allgemeinen wird das Anfeuchten bei Temperaturen der umgebenden Atmosphäre wie 16°C bis 38°C durchgeführt. Das Wasser kann zu dem Tabak durch jede Technik, die zu einer praktisch gleichmäßigen angefeuchteten Masse führt, wie durch Besprühen oder Tränken, zugegeben werden.

Wenn der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks innerhalb des gewünschten Bereichs liegt, wird der Tabak dann mit einer ausreichenden Menge an flüchtiger organischer Flüssigkeit eine hinreichende Zeitlang in Berührung gebracht, um die gründliche Imprägnierung des Tabaks durchzuführen.

909849/0833

BAD ORIGINAL



Das erfindungsgemäße Verfahren wird weiter unter Bezugnahme auf die Zeichnung beschrieben, deren einzige Abbildung in Blockdiagrammform eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellt.

Der Tabakfeuchter 1 ist eine Vorrichtung, die zur Zugabe von Wasser aus Leitung 2 zu dem gebeizten Tabak, der aus Leitung 3 kommt, vorgesehen ist. Der Feuchter 1 kann das Wasser durch Versprühen oder Durchziehen durch eine Wasserstelle zuführen, wobei Maßnahmen zum Abziehen von überschüssigem Wasser und für einen Zeitraum, währenddessen das Wasser durch die Tabakmasse diffundiert, vorgesehen sind. Um die wasserlöslichen Bestandteile in dem Tabak zu halten, wird Wasser, das von dem feuchten Tabak abgezogen worden ist, auf dem Wege über Leitung 2 zurückgeführt, so daß eine reine Extraktion von löslichem Material aus dem Tabak verhindert wird. In einigen Fällen kann der Tabak bereits einen Feuchtigkeitsgehalt haben, der dem gewünschten Wassergehalt des feuchten Tabaks entspricht. In diesem Fall würde der Feuchter 1 übergangen werden (auf dem Wege durch Leitung 3A).

Der feuchte Tabak wird dann auf dem Wege über die Förderleitung 4 zur Imprägniervorrichtung 6 geführt, die zum Beispiel ein geschlossener Zylinder sein kann, versehen mit einer Schraube zur Bewegung des feuchten Tabaks hierdurch. Hier wird der feuchte Tabak mit der organischen Flüssigkeit aus Leitung 7 imprägniert. Die organische Flüssigkeit kann vielfach in derselben Weise wie das Wasser im Feuchter 1 zugegeben werden. Auch die aus der Imprägniervorrichtung 6 abgezogene Flüssigkeit wird (über Leitung 7A) zur Leitung 7 zurückgeführt, um die Verluste an in der Flüssigkeit löslichen Bestandteilen aus dem Tabak herabzusetzen. Die Imprägniervorrichtung 6 ist für ein Arbeiten bei mäßig erhöhten Temperaturen wie 60°C geeignet; gewöhnlich beim eigenen Druck. Angelegter Druck kann verwendet werden, um die organische Flüssigkeit im flüssigen Zustand halten zu helfen und die Imprägnierungsgeschwindigkeit zu erhöhen. Zum Beispiel können 318 kg Tabakverschnitt-Füllmasse, 81,7 kg Wasser und

545 kg Freon 11 in die Imprägniervorrichtung gegeben werden, wobei der Tabak für annähernd 30 Minuten in der Imprägniervorrichtung verbleibt.

Der feuchte, imprägnierte Tabak wird dann auf dem Wege von Leitung 8 zu Leitung 9 zwecks Einbringens in den Tabak-Expander 13 befördert. Ein Gasgemisch wie Freon und Wasserdampf wird aus dem Gaserhitzer 11 auf dem Wege über Leitung 9 in den Expander 13 geführt, wo das heiße Gas und der feuchte imprägnierte Tabak gründlich vermischt werden. Es wird ein ausreichender Gasfluß verwendet, um die Entfernung der imprägnierten Flüssigkeit durch Verdampfen aus dem Tabak mit großer Geschwindigkeit zu bewirken. Der Ventilator 12 wird verwendet, um das heiße Gas durch den Expander 13 fließen zu lassen. Zum Beispiel wird, wenn 318 kg feuchter, imprägnierter Tabak je Std. expandiert werden, ein Gasgemisch von 127,000 kg Freon 11 und 17,550 kg Wasserdampf je Stunde in den Expander 13 bei einer Temperatur von etwa  $171^{\circ}\text{C}$  und einer Lineargeschwindigkeit von annähernd 8,2 m/sec. eingeführt. Bei einer Expandereinheit von 26 m Höhe wird der feuchte imprägnierte Tabak mit dem heißen Gas annähernd 3,1 Sekunden in Berührung gebracht.

In der Expander-Einheit 13 wird der Tabak expandiert (seine Füllkapazität wird erhöht), wobei das heiße Gas den expandierten Tabak in die Trennvorrichtung 14 bringt. Die Trennvorrichtung 14 kann jede herkömmliche Form von Trennvorrichtung, wie ein Cyklon-Typ sein. Das expandierte Tabakprodukt wird aus der Trennvorrichtung 14 auf dem Wege über Leitung 16 abgezogen und gegebenenfalls wegen der Verfahrenswirtschaftlichkeit in die Einheit 17 zur Entfernung der restlichen Flüssigkeit geführt. Bequemerweise wird der expandierte Tabak mit Wasserdampf in Berührung gebracht, der durch Leitung 18 in ausreichender Menge eingebracht wird, um alle restliche organische Flüssigkeit zu verdampfen. Der kondensierte Wasserdampf aus der Restentfernungsstufe 17 wird auf dem Wege über Leitung 19 zur Wiedergewinnung des organischen Flüssigkeitsgehaltes in die Wiedergewinnungsstufe geführt.

Normalerweise wird der von organischer Flüssigkeit freie Tabak aus der Entfernungsstufe 17 für die restliche Flüssigkeit auf einen Wassergehalt eingestellt, der zur Lagerung oder zum Sofortgebrauch geeignet ist. Wenn eine solche Einstellung erwünscht ist, wird der flüssigkeitsfreie Tabak zur Einstellstufe 21 gebracht, wo er auf den gewünschten Feuchtigkeitsgehalt durch Trocknen oder Anfeuchten, allgemein bekannte Arbeitsweisen in der Tabakindustrie, gebracht wird. Die eingestellte, expandierte Tabakmasse (Produkt) wird dann zur Lagerung für den folgenden Verbrauch durch Leitung 22 befördert.

Das Heizgas und der organische Flüssigkeitsdampf und Wasserdampf, die aus dem feuchten imprägnierten Tabak entfernt wurden, werden aus der Trennvorrichtung 14 über Leitung 28 zum Gaserhitzer 11 zurückgeführt, von dort zum Expander 13 über Leitung 9. Überschüssige Gase aus dem Rückführungskreis werden auf dem Wege über Leitung 23 zu einer Wiedergewinnungsstufe 24 für die Flüssigkeit geblasen. Hier werden Wasser und Flüssigkeit kondensiert. Wasser wird auf dem Wege über Leitung 26 entfernt und die organische Flüssigkeit zur Imprägniervorrichtung 6 auf dem Wege über Leitung 27 zurückgeführt. Wo eine mit Wasser nichtmischbare organische Flüssigkeit verwendet wird, wird zur Trennung einfaches Dekantieren angewendet. Destillation wird zur Wiedergewinnung von organischen Flüssigkeiten verwendet, die mit Wasser mischbar sind.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, die Füllkapazität von gebeiztem Tabak um bis zu 20 bis 100 Prozent und sogar mehr zu erhöhen. Dieses Tabakprodukt mit einer herabgesetzten Voölumendichte ist besonders zur Herstellung von Rauchprodukten wie Zigaretten, Zigarren und Pfeifentabak brauchbar. Mit dieser verminderten Volumendichte werden beträchtliche Vorzüge hinsichtlich der Tabakkosten bei der Herstellung dieser Rauchprodukte, ohne die Qualität opfern zu müssen, erhalten.

Um die Füllkapazität von einem Tabakprodukt Verschnitt-Füllware, wie es in den folgenden Beispielen beschrieben ist, zu messen,

wird ein Kompressometer verwendet, welches im wesentlichen aus einem Zylinder von 9,5 cm Durchmesser mit einer Skaleneinteilung an der Seite zusammengesetzt ist. Ein Kolben von 9,4 cm Durchmesser gleitet in dem Zylinder. Auf dem Kolben wird Druck angelegt und das Volumen in ml einer gegebenen Menge Tabak, 100 g, bestimmt. Versuche haben gezeigt, daß sich mit diesem Gerät das Volumen (Füllkapazität) einer gegebenen Menge Verschnitt-Tabak mit guter Reproduzierbarkeit bestimmen läßt. Der auf dem Tabak über den Kolben lastende Druck war in allen Beispielen  $0,16 \text{ kg/cm}^2$  und wurde fünf Minuten angelegt, nach welcher Zeit die Volumenablesung vorgenommen wurde. Dieser Druck entspricht nahezu dem Druck, der normalerweise durch das Einhüllpapier auf Tabak in Zigaretten wirkt. Der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks beeinflußt die Füllkapazitätswerte, die durch dieses Verfahren bestimmt werden, deshalb wurden vergleichbare Füllkapazitäten bei ähnlichen Feuchtigkeitsgehalten erhalten.

Zum vollständigeren Verständnis dieser Erfindung wird nun auf mehrere Beispiele eingegangen, die zur Veranschaulichung derselben dienen:

#### Beispiel 1

Ein gebeizter Verschnitt-Zigarettentabak, der 12,3 % Feuchtigkeit enthielt und eine Füllkapazität von 458 ml hatte, wenn diese nach dem oben beschriebenen Verfahren bestimmt wurde, wurde mit einer ausreichenden Menge Äthanol (Siedepunkt etwa  $78^{\circ}\text{C}$ ) gemischt, um den Tabak gründlich zu imprägnieren. Der Alkohol-behandelte Tabak wurde in einem geschlossenen Behälter etwa 20 Stunden dem Gleichgewicht überlassen, wonach ein Wasserdampfstrom mit einer Temperatur von  $100^{\circ}\text{C}$  durch den alkohol-behandelten Tabak während eines Zeitraums von fünf Minuten geschickt wurde. Nach dieser Zeit hatte sich der Tabak ausgedehnt und der Alkohol war vollständig durch Verdampfen entfernt worden. Der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks wurde dann auf 10,9 Gew.-% eingestellt. Der erhaltene Tabak war zur Verwendung bei der Herstellung von Zigaretten geeignet und hatte eine Füllkapazität von 517 ml, was einen Zuwachs von angenähert 12,9 Vol.-% gegenüber dem ursprünglichen Tabak bedeutet.

909849/0833

BAD ORIGINAL

Die Arbeitsweise von Beispiel 1 wurde unter Verwendung von Wasserdampf wiederholt und die Ergebnisse sind in Tabelle I angeführt.

Tabelle I

Beispiel	organische Flüssigkeit	Zeit der Einwirkung von Wasserdampf (Min.)	Füllkapazität (ml)	Prozent Volumenzuwachs an Füllkapazität	Eingestellter Feuchtigkeitsgehalt in Gew.-%
2	Aceton (Sp. 57°C)	3	533	19,7	11,1
3	Äthyläther (Sp. 34,4°C)	2	614	34,1	9,7
4	Benzol (Sp. 80°C)	5	522	14,0	12,0
5	Hexan (Sp. 69°C)	5	576	25,8	12,1
6	Pentan (Sp. 35°C)	2	704	53,7	12,1
7	Pentan	1	921	101,0	9,6
8	Dichlormethan (Sp. 40°C)	1,25	605	32,2	10,0
9	Freon 11 Trichlormono- fluormethan (Sp. 24°C) unter geringem Überdruck	2	682	46,8	10,1

Beispiel 10

Geschnitzelte rauchgebeizte Tabakstiele (200 g) wurden mit 250 ml Pentan behandelt und über Nacht in einem geschlossenen Behälter ins Gleichgewicht kommen gelassen. Der behandelte Tabak wurde dann Wasserdampf bei 100°C während eines Zeitraums von einer Minute ausgesetzt und an der Luft getrocknet. Der Feuchtigkeitsgehalt des erhaltenen Tabaks war 13,5 % und seine Füllkapazität 921 ml. Eine Kontrollprobe, die nicht mit dem

Pentan behandelt worden war, hatte einen Feuchtigkeitsgehalt von 14,0 und eine Füllkapazität von 466 ml. So wurde die Füllkapazität infolge der Behandlung mit Pentan und nachfolgender Wasserdampfeinwirkung um annähernd 98,6 % erhöht.

#### Beispiel 11

Der Versuch aus Beispiel 10 wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß Äthyläther als organische Flüssigkeit verwendet wurde. Der Feuchtigkeitsgehalt des fertigen Tabaks war 14,0 % und die Füllkapazität 563 ml, was einen Zuwachs von annähernd 21 gegenüber der Kontrollprobe bedeutet.

#### Beispiel 12

Der Versuch aus Beispiel 10 wurde unter Verwendung von geschnitzelten Burleytabakstielen mit Pentan als organischer Flüssigkeit wiederholt. Das fertige Produkt hatte einen Feuchtigkeitsgehalt von 12,5 % und eine Füllkapazität von 1036 ml. Die Kontrollprobe, welche nicht dem Pentan ausgesetzt war, hatte einen Feuchtigkeitsgehalt von 12,6 % und eine Füllkapazität von 743 ml. So zeigte die mit Pentan und Wasserdampf behandelte Probe einen Zuwachs an Füllkapazität von annähernd 39,4 % gegenüber der Kontrollprobe.

#### Beispiel 13

Das Verfahren aus Beispiel 12 wurde unter Verwendung von geschnitzelten Burleytabakstielen und Äthyläther als organischer Flüssigkeit wiederholt. Der Endfeuchtigkeitsgehalt war 13,1 % und die Füllkapazität 821 ml, was einen 10,5 %igen Zuwachs gegenüber der Kontrollprobe bedeutet.

#### Beispiel 14

Eine Probe (2633 g) von rauchgebeizten Tabakstreifen wurde mit 4500 ml Pentan in einem geschlossenen Behälter 20 Stunden ins Gleichgewicht gesetzt. Kleine Ansätze (100 g oder weniger) des Pentan-behandelten Tabaks wurden dann Wasserdampf bei einer Temperatur von 100°C in einem Drahtmaschenkorb während fünf bis

deißig Sekunden ausgesetzt und dann an der Luft getrocknet. Die erhaltenen expandierten Streifen wurden auf herkömmliche Weise geschnitzelt und der Tabak zu Zigaretten verarbeitet. Kontrollzigaretten wurden aus nichtbehandelten Streifen hergestellt und die physikalischen Eigenschaften der Zigaretten aus den expandierten und nichtbehandelten rauchgeheizten Tabaken wurden in der folgenden Tabelle II verglichen:

Tabelle II

<u>Bestimmungs- größe</u>	<u>Kontrollprobe</u>	<u>expandierte</u>
		Probe
Gewicht, g	1,036	0 769
Zugwiderstand, cm	5,334	5,740
Festigkeit, 0,1 mm	8,83	9,58
Umfang, mm	25,33	25,27
Feuchtigkeit, %	12,08	12,20

1) Werte, bezogen auf einen Durchschnitt von 50 Zigaretten (70 mm)

2) Zigaretten 94 Stunden bei 63 % Feuchtigkeit gelagert

Beispiel 15

Regulär gemischte Zigaretten-Verschnitt-Füllware, 4500 g, die 12,7 % Feuchtigkeit enthielt (14,5 Teile Wasser je 100 Teile Tabak), wurde mit 1125 ml Wasser besprüht und eine Stunde gequollen. Der feuchte Tabak wurde in Freon-MF-Flüssigkeit unter Verwendung einer Gesamtmenge von 8 Litern Flüssigkeit getaucht (300 Teile Freon-MF je 100 Teile Tabak). Der Tabak wurde in einem Druckkessel verschlossen, welcher dann 75 Minuten durch Wasser von 56°C erhitzt wurde; der innere Druck war 2,10 kg/cm<sup>2</sup> über Normal am Ende der Erhitzungsperiode. Der Kessel wurde durch Wasser von 10°C 15 Minuten lang gekühlt, und 2650 ml überschüssige Freon-MF-Flüssigkeit wurden aus dem Kessel abgezogen, was zu einer Nettoimprägnierung von 201 Teilen Freon-MF je 100 Teile Tabak geführt haben muß. Der Tabak wurde dann sofort in einer vertikalen Säule mit einem heißen Gasgemisch, das Luft, Wasserdampf und gasförmiges Freon-MF enthielt, in Berüh-

rung gebracht, bei einer Gaseintrittstemperatur von  $165,5^{\circ}\text{C}$  für eine Kontaktzeit von etwa 2 Sekunden. Tabak aus dem Heißgaskontakt wurde mit einem Wasserversprüher neubefeuchtet und über Nacht gequollen (man ließ ihn in einem geschlossenen Kessel über Nacht stehen, damit sich ein Feuchtigkeitgleichgewicht einstellte).

	<u>% Feuchtigkeit</u>	<u>Füllkapazität ml/100 g</u>	<u>% Zuwachs an Füllkapazität</u>
Kontroll- probe	12,7	422	
behandeltes Produkt	12,4	596	41

Die Arbeitsweise aus Beispiel 15 wurde bei den Beispielen 16 bis 25 durchgeführt und die Ergebnisse sind in Tabelle III wiedergegeben.



-16-

T a b e l l e III

Bei- spiel	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
a	a <sup>1</sup>	a <sup>1</sup>	a <sup>2</sup>	a <sup>3</sup>	a <sup>4</sup>	a <sup>1</sup>	a <sup>1</sup>	a <sup>1</sup>	a <sup>2</sup>	a <sup>2</sup>
b	4500	4500	5700	3920	5700	5700	5700	5700	5700	5700
c	12,7	12,1	11,3	11,6	11,6	18,75	18,85	18,1	17,3	17,4
d	450	225	570	392	570	-	-	-	-	-
e	über Nacht	über Nacht	1 Std.	über Nacht	1 Std.	-	-	-	-	-
f	26	19,3	24	24,4	24,4	-	-	-	-	-
g	8	8	12	7	11	10	8	8	10	6
h	300	298	350	-	322	318	225	-	313	-
i	90	90	90	90	90	45	60	60	60	60
j	56	56	57	53	53	65	65	66	64	63
k	2,17	2,17	2,59	1,82	1,89	2,80	2,73	2,73	2,80	2,31
l	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
m	20	40	12	20	12	20	8	11	16	10
n	3150	4200	3100	2700	4500	4950	4300	2400	4000	2000
o	182	142	259	-	190	161	118	-	188	-
p	165,5	172	173	168	170,5	175	175	175	173	174
q	1	0,75	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,65	0,65
r	20	-	17	7	13	16	13	12,25	12,75	9,75
s	12,7	12,1	11,3	11,6	11,6	12,7	12,1	12,1	11,3	11,3
t	422	430	463	427	415	422	430	430	463	463
u	12,2	11,8	11,6	12,1	12,0	12,5	12,1	12,0	12,0	12,0
v	595	612	731	496	567	613	628	620	725	720
w	41	41	58	16	37	45	46	44	57	56

a - Typ des verwendeten Tabaks

a<sup>1</sup> - regulär gemischte Zigaretten-Verschnitt-Füllware

909849/0833

- a<sup>2</sup> - rauchgebeizte Verschnitt-Füllware
- a<sup>3</sup> - Burley-Verschnitt-Füllware
- a<sup>4</sup> - Türkische Verschnitt-Füllware
- b - Tabakmenge in g
- c - Gew.-% Feuchtigkeit
- d - ml versprühtes Wasser
- e - Zeit des Quellens in Wasser
- f - Gewichtsteile Wasser je 100 Teile Tabak zum Wasserquellen
- g - Liter Freon-MF-Flüssigkeit, die das von einem vorherigen Durchgang Abgezogene enthält
- h - Gewichtsteile Freon-MF je 100 Teile Tabak
- i - Minuten zur Erhitzung des Druckkessels
- j - °C -Temperatur des zum Erhitzen des Druckkessels verwendeten Wassers
- k - innerer Kesseldruck in kg/cm<sup>2</sup> über normal
- l - °C-Temperatur des Wassers zum Kühlen des Kessels
- m - Minuten zum Kühlen des Kessels
- n - ml an überschüssiger Freon-MF-Flüssigkeit, die von dem Kessel abgezogen wird
- o - Netto-Imprägnierung von Gewichtsteilen Freon-MF je 100 Teile Tabak
- p - °C-Gaseingangstemperatur von Luft-, Wasserdampf und Freon-MF-Gas
- q - Kontaktzeit in Sekunden
- r - Zeitraum in Minuten der gleichmäßigen Tabakzuführungsgeschwindigkeit
- s - Gewichtsprozent Feuchtigkeit in der Kontrollprobe
- t - Füllkapazität in ml/ 100 g Kontrollprobe
- u - Gewichtsprozent Feuchtigkeit im durch das Beispiel behandelten Produkt
- v - Füllkapazität in ml/ 100 g des behandelten Produkts
- w - Volumenprozent Zuwachs an Füllkapazität des behandelten Produktes

#### Beispiel 26

Rauchgebeizte Verschnitt-Füllware, 5700 g, die 17,6 % Feuchtigkeit enthielt, wurde in einen Druckkessel gebracht, und es wurden 8 Liter Freon-MF-Flüssigkeit, die das aus einem vorherigen

Durchgang Abgezogene enthielt, über den Tabak gegossen; 2000 ml überschüssige Freon-MF-Flüssigkeit wurde aus dem Kessel abgezogen. Der Kessel wurde dann verschlossen und eine Stunde durch Wasser bei  $66^{\circ}\text{C}$  erhitzt; der Innendruck betrug  $2,17 \text{ kg/cm}^2$  über normal am Ende des Erhitzungszeitraums. Der Kessel wurde dann durch Wasser von  $10^{\circ}\text{C}$  6 Minuten abgekühlt, und es wurden 1500 ml mehr überschüssige Freon-MF-Flüssigkeit aus dem Kessel abgezogen. Der Tabak wurde dann innig mit einem strömenden Heißgasgemisch, das Luft, Wasserdampf und Freon-MF-Gas bei einer Gaseintrittstemperatur von  $170,5^{\circ}\text{C}$  und einer Kontaktzeit des Tabaks mit dem heißen Gas von etwa 0,65 Sekunden in Berührung gebracht, indem er durch eine vertikale Säule geführt wurde. Die Tabak-Zuführungsgeschwindigkeit lag gleichmäßig über einem Zeitraum von 10 Minuten. Tabak aus dem Heißgaskontakt wurde neubefeuchtet mit einem Wasserversprüher und über Nacht gequollen.

	<u>% Feuchtigkeit</u>	<u>Füllkapazität ml/100 g</u>	<u>% Zuwachs an Füllkapazität</u>
Kontrollprobe	11,3	463	
behandeltes Produkt	12,3	704	52

#### Beispiel 27

Rauchgebeizte Verschnitt-Füllware, 5700 g, wurde in einen Druckkessel gebracht, und es wurden 28 Liter eines aus drei Teilen Freon-MF und einem Teil Isopropanol (jeweils Volumenteile) bestehenden Gemisches über den Tabak gegossen. Der Kessel wurde dann verschlossen und eine Stunde durch heißes Wasser ( $60^{\circ}\text{C}$ ) erhitzt; der Innendruck lag bei  $4,20 \text{ kg/cm}^2$  über normal am Ende des Erhitzungszeitraumes. Der Druck wurde aufgehoben, indem die überschüssige Flüssigkeit abgezogen und infolgedessen die Dämpfe schnell abgetrieben wurden; 13,2 Liter Flüssigkeit wurden gesamt. Der Kessel wurde weiter durch Leitungswasser gekühlt, und zusätzliche 2,3 Liter überschüssiger Flüssigkeit wurden aus dem Kessel abgezogen. Der behandelte Tabak wurde dann innig mit einem strömenden Heißgasgemisch, das aus Luft, Wasserdampf, Isopropanoldampf und Freon-MF-Gas bestand, in Berührung gebracht. Tabak aus dem Heißgaskontakt wurde mit einem

Wasserversprüher neubefeuchtet und über Nacht gequollen.

	<u>% Feuchtigkeit</u>	<u>Füllkapazität ml/100 g</u>	<u>% Zuwachs an Füll- kapazität</u>
Kontrollprobe	-	387	
behandeltes Produkt	12,8 (Alkohol enthal- ten)	654	69

Das hier in dem speziellen Beispiel verwendete Freon-MF ist Trichlormonofluormethan mit einem Siedepunkt von etwa 24°C. Das erfindungsgemäße Verfahren kann auf gebeizten Tabak in Form von Blättern (Rippen und Stiele sind enthalten), von Streifen (Blätter mit entfernten Stielen) oder Verschnitt-Füllware (Streifen sind zur Zigarettenherstellung geschnitzelt) angewendet werden. Bei Verwendung von Blättern oder Streifen können die Tabaksorten und -grade so ausgewählt werden, daß das Verfahren am wirksamsten wird, wodurch Ergebnisse erzielt werden, die dem Maximum nahekommen, während die Herstellungskosten auf einem Minimum gehalten werden. Wo die Behandlung von Stielen nicht nötig ist, werden Streifen gegenüber Blättern bevorzugt, und auf jeden Fall können Stiele gesondert verarbeitet werden. Wenn die Gesamtmischung behandelt werden soll, wird vorzugsweise Verschnitt-Füllware benutzt.

Die Vorteile der Erfindung werden aus dem Vorhergehenden schnell offenbar. Durch das erfindungsgemäße Verfahren kann die Füllkapazität von Tabak bedeutend bei gleichzeitig wirtschaftlichen Vorteilen erhöht werden. Die Verdampfung und Entfernung der organischen Flüssigkeit aus dem imprägnierten Tabak bei hohen Temperaturen und kurzen Kontaktzeiten gestattet, die Vorteile der Erfindung bei Verwendung einer Ausrüstung von kleinstmöglicher Größe und mit hohen Produktionsgeschwindigkeiten zu verwirklichen.

Jene Abänderungen und Äquivalente, die unter den Erfindungsgedanken und das Ziel der folgenden Ansprüche fallen, sind als Teil der Erfindung zu betrachten.

Patentansprüche

P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Verfahren zur Erhöhung der Füllkapazität von Tabak, dadurch gekennzeichnet, daß man Tabak mit einer ausreichenden Menge einer flüchtigen organischen Flüssigkeit in Berührung bringt, um denselben gründlich zu imprägnieren, und danach ein Gas in Kontakt mit diesem Tabak durchschickt, wobei das Gas auf eine mindestens  $1^{\circ}\text{C}$  über dem Siedepunkt der Flüssigkeit liegenden Temperatur bei Kontaktdruck erwärmt ist, wodurch der Tabak expandiert und die Flüssigkeit von diesem im Dampfzustand abgetrennt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Gas Wasserdampf ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, worin die Flüssigkeit ein Kohlenwasserstoff oder ein halogenierter Kohlenwasserstoff ist.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Tabak feucht ist.
5. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas eine Temperatur zwischen etwa  $121$  und  $204^{\circ}\text{C}$  hat.
6. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der imprägnierte Tabak in einer vertikalen Säule mit dem hierdurch aufwärts strömenden Gas in Berührung gebracht wird.
7. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das heiße Gas den Tabak in eine Trennvorrichtung befördert, wo der expandierte Tabak von dem flüchtigen organischen Lösungsmitteldampf getrennt wird.
8. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch ge-

- kennzeichnet, daß die flüchtige organische Flüssigkeit in einer Menge zwischen etwa 25 Teilen und 350 Teilen je 100 Teile Tabak (Trockenbasis) angewendet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge an flüchtiger organischer Flüssigkeit zwischen etwa 40 und 250 Teilen je 100 Teile Tabak (Trockenbasis) liegt.
  10. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die flüchtige organische Flüssigkeit Trichlormonofluormethan ist.
  11. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die von dem expandierten Tabak abgetrennte flüchtige organische Flüssigkeit wiedergewonnen wird.
  12. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Imprägnierung mit der flüchtigen organischen Flüssigkeit bei einer erhöhten Temperatur unterhalb 77°C durchgeführt wird,
  13. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 - 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Kontakt des imprägnierten Tabaks mit dem heißen Gas die Expandierung des Tabaks in einem kürzeren Zeitraum als etwa 4 Sekunden bewirkt.
  14. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 - 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks vor Imprägnierung im Bereich von 10 bis 100 Gewichtsteilen Wasser je 100 Teile Tabak (Trockenbasis) gehalten wird.
  15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks vor Imprägnierung innerhalb des Bereichs von 18 bis 30 Gewichtsteilen Wasser je 100 Teile Tabak (Trockenbasis) gehalten wird.
  16. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 - 15, dadurch gekennzeichnet,

zeichnet, daß der gewonnene expandierte Tabak mit Wasserdampf behandelt wird, um die restliche organische Flüssigkeit hieraus zu entfernen, und der Feuchtigkeitsgehalt des so behandelten Tabaks dann auf einen zur Zigarettenherstellung geeigneten Feuchtigkeitsgehalt eingestellt wird.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 - 16, dadurch gekennzeichnet, daß das mit dem imprägnierten Tabak in Kontakt durchlaufende Gas auf eine Temperatur, die mindestens etwa  $93,5^{\circ}\text{C}$  über dem Siedepunkt der Flüssigkeit bei Kontaktdruck, jedoch unter  $204^{\circ}\text{C}$  liegt, erhitzt wird.

R 1228  
Dr. Pa/Wr

